

10/538926

JC17 Rec'd PCT/PTO 13 JUN 2005

DOCKET NO.: 272233US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Hideki YAMANE

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/15734

INTERNATIONAL FILING DATE: December 9, 2003

FOR: PROCESS FOR THE PRODUCTION OF HYDROGENATED PETROLEUM RESIN

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

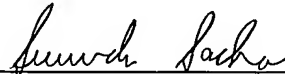
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Japan	2002-370801	20 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/15734. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)

09.12.03

日 本 国 特 許

JAPAN PATENT OFFICE

REC'D 3 庁 DEC 2003

PC

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年12月20日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-370801

[ ST.10/C ]:

[ JP2002-370801 ]

出 願 人

Applicant(s):

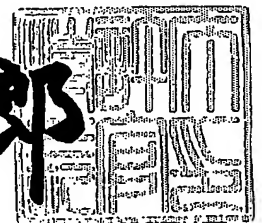
出光石油化学株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 6月11日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3045615

【書類名】 特許願

【整理番号】 IP10902

【提出日】 平成14年12月20日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08F 8/04

【発明の名称】 水素添加石油樹脂の製造方法

【請求項の数】 3

【発明者】

    【住所又は居所】 山口県徳山市新宮町1番1号

    【氏名】 山根 秀樹

【特許出願人】

    【識別番号】 000183657

    【氏名又は名称】 出光石油化学株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100078732

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 大谷 保

【選任した代理人】

    【識別番号】 100081765

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 東平 正道

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 003171

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 0000936

    【包括委任状番号】 0000758

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 水素添加石油樹脂の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを、溶媒として、重合時に副生する低分子量体を 4 質量%以下含有する回収溶媒を使用して、溶液共重合を行う重合工程、および該共重合体を分離するための脱溶媒工程、次いで、分離した該共重合体を溶媒に溶かして水素添加反応を行う水素化工程、ならびに、水素化工程反応混合物から、水素添加石油樹脂中に 6 ～ 1 0 質量%の水素添加低分子量体が残存するように水素添加石油樹脂を分離するための脱溶媒工程、からなることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 記載の製造方法により製造された軟化点が 9 0 ～ 1 6 0 ℃である水素添加石油樹脂。

【請求項 3】 請求項 1 記載の製造方法により製造された水素添加石油樹脂を含有するホットメルト接着剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、特定のモノマーの共重合体を水素添加することによる、粘着付与樹脂として有用な水素添加石油樹脂の製造方法に関し、さらには、その水素添加石油樹脂を含有するホットメルト接着剤組成物に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

ホットメルト接着剤は、高速塗工性、速硬化性、無溶剤性、バリヤ性、省エネルギー性、経済性等に優れるため各種分野において利用が拡大している。一般的なホットメルト接着剤としては、天然ゴム、エチレン-酢酸ビニル共重合体、スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体及びその水素化合物、スチレン-イソプレン-スチレンブロック共重合体及びその水素化合物等のベースポリマーに粘着付与樹脂や可塑剤を配合した組成物などが使用されている。

粘着付与樹脂としては、一般に石油樹脂やクマロン系樹脂、フェノール系樹脂

、テルペン樹脂、ロジン系樹脂と呼ばれているもの、並びにそれらの水素化物が使用されている。

## 【0003】

水素添加石油樹脂の一つとして、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを出発原料とするものがあり、このものは、通常、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを溶液重合し、重合体混合物から分子量100から350程度の低分子量体と溶媒を分離し、残余の重合体を、所望の水素化率に水添して製造されている。

この方法においては、分離された低分子量体と重合溶媒とは、低分子量体が出発原料として利用できるために、低分子量体を重合溶媒から分離することなく、重合反応系にリサイクルされて利用されている。

しかし、このようにして得られた水添石油樹脂は、粘着付与物性が必ずしも十分でなく、水添石油樹脂のうち部分水添石油樹脂については、重合時に副生する低分子量重合体を、重合反応の出発原料として再利用しない方が、粘着付与物性が向上することが開示されている（例えば、特許文献1）。

## 【0004】

しかしながら、一方で、粘着付与樹脂の製造工程でこれらの低分子量体を除去し過ぎると、最終製品の接着性能、例えば恒温クリープ等に悪影響を及ぼし、また、低分子量体を含有した重合溶媒を重合反応系にリサイクルしない場合は、水添石油樹脂の製造プロセス全体の生産性が低下し、経済性が悪くなるという問題があった。

## 【0005】

【特許文献1】

特開平6-56920号公報

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】

かかる状況に鑑み、本発明は、粘着付与樹脂に用いるシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とからなる水添石油樹脂の製造方法において、粘着付与樹脂の粘着性能を向上させつつ、生産性の向上をも両立させる製造方法を提供

することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、前記課題を達成するために鋭意検討を重ねた結果、重合工程での低分子量体のリサイクル量を制御し、かつ製品である水素化共重合物中の低分子量体量を制御する製造方法を採用することによって、優れた性能のホットメルト接着剤用の粘着付与樹脂が得られることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0008】

すなわち、本発明は、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを、溶媒として、重合時に副生する低分子量体を4質量%以下含有する回収溶媒を使用して、溶液共重合を行う重合工程、および該共重合体を分離するための脱溶媒工程、次いで、分離した該共重合体を溶媒に溶かして水素添加反応を行う水素化工程、ならびに、水素化工程反応混合物から、水素添加石油樹脂中に6～10質量%の水素添加低分子量体が残存するように水素添加石油樹脂を分離するための脱溶媒工程、からなることを特徴とする水素添加石油樹脂の製造方法を提供するものである。

また、本発明は、このように製造された水素添加石油樹脂を含有するホットメルト接着剤組成物を提供するものである。

さらに、本発明によれば、実質的に高分子量体を含まないビニル芳香族化合物を原料として重合することにより、軟化点が50～120℃の範囲にあるシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との共重合体を水素添加して得られる軟化点が90～160℃の範囲にあるシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物の共重合体の水素添加物が得られ、これはホットメルト接着剤用の優れた粘着付与樹脂となり得る。

【0009】

【発明の実施の形態】

(1) 共重合体の製造

本発明の方法では、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族系化合物とを

溶媒中で熱重合する。

ここで、シクロペンタジエン系化合物としては、シクロペンタジエン、メチルシクロペンタジエン、エチルシクロペンタジエンの他、これらの二量体や共二量体等が挙げられる。また、ビニル芳香族系化合物としては、例えばスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエンなどが挙げられる。

シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との混合割合に特に制限はないが、通常は質量でシクロペンタジエン系化合物：ビニル芳香族化合物＝70：30～20：80、好ましくは60：40～40：60とするのが望ましい。

#### 【0010】

本発明の方法において使用可能な重合溶媒としては、芳香族系溶媒、ナフテン系溶媒、脂肪族炭化水素系溶媒等が挙げられる。例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、シクロヘキサン、ジメチルシクロヘキサン、エチルシクロヘキサン等の溶媒が好適に使用できる。重合溶媒の使用量は、モノマー混合物100質量部に対して、50～500質量部、好ましくは60～300質量部の割合である。

この重合溶媒は重合終了後に回収して繰り返し使用することが経済的に好ましいため、従来行われてきたものであるが、回収された溶媒の中には、通常、分子量200～350程度の低分子量体が含まれる。しかし、前記した如く、これら低分子量体の含有量が多いと粘着付与剤としての物性が十分でなくなる。

そこで、本発明においては、これら物性低下を防ぐために、重合溶媒として再使用される場合のこれらの低分子量体の濃度は、少なくとも4質量%以下にする。さらには3.5質量%以下であることがなお望ましい。すなわち、重合溶媒中の低分子量体量を4質量%以下にしてリサイクルするのであれば、粘着付与剤としての粘着性はほとんど低下しない。

#### 【0011】

本発明の方法において、重合反応の開始時、溶媒は100℃、好ましくは150℃以上に加熱しておくことが望ましい。この加熱された溶媒中にシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との混合物を分割添加しながら共重合を行う。

この時用いるビニル芳香族化合物は再沈殿法で検出する数万から数十万の分子



量の高分子量体が、1000質量ppm以下、好ましくは100質量ppmであることが望ましい。

分割添加時間は通常、0.5～5時間、好ましくは1～3時間である。等分に添加することが望ましい。

#### 【0012】

この共重合反応は、シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との混合物を分割添加し終わった後も引き続き反応を行わせることが望ましい。その時の反応条件に特に制限はないが、通常は反応温度150～350℃、好ましくは220～300℃、反応圧力は、0～2MPa、好ましくは0～1.5MPa、反応時間は、1～10時間、好ましくは1～8時間である。

次いで得られた反応生成液を、例えば、温度100～300℃、圧力100～1mmHgで1～3時間処理して揮発分（溶媒のほかに低分子量体も揮発し得る）を除去すれば、共重合体を得ることができる。

#### 【0013】

以上のような本発明の方法によって製造されたシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との共重合体は、軟化点が50～120℃、ビニル芳香族化合物単位含有量が30～90質量%、臭素価が30～90g/100g、数平均分子量が400～1100の共重合体となる。

#### 【0014】

##### （2）水素添加石油樹脂の製造

本発明の水素添加石油樹脂は、上記の共重合体を水素添加反応することにより製造される。

この水素添加反応は、共重合体をシクロヘキサン、テトラヒドロフランなどの溶媒に溶解して、ニッケル、パラジウム、コバルト、白金、ロジウム系触媒の存在下で、120～300℃、好ましくは150～250℃の温度、1～6MPaの反応圧力の条件で、1～7時間、好ましくは2～5時間の反応時間で行うことができる。

#### 【0015】

次いで、得られた水素化反応混合液を、例えば、温度100～300℃、圧力

100～1 mmHg で10分～3時間処理して揮発分（溶媒のほかに低分子量体も揮発し得る）を除去すれば、水素添加石油樹脂を得ることができる。

しかしながら、前記の如く、ここで低分子量体を除去し過ぎると、最終製品の接着性能、例えば恒温クリープ等に悪影響を及ぼす。本発明においては、水素添加石油樹脂中の低分子量体の含有量が6～10質量%、好ましくは7～8質量%であれば、粘着付与樹脂をホットメルト接着剤としたときに、恒温クリープなどの物性が改良されて好ましいことを見出した。したがって、水素化反応混合液からの脱溶媒操作は比較的温和な条件で行われることが好ましい。そのような低分子量体含有量とするには、具体的には、温度100～250℃、圧力50～1 mmHg で10分～2時間程度の操作が好適である。

#### 【0016】

かかる本発明の方法によって製造されたシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物との共重合体の水素添加物は、軟化点が90～160℃、ビニル芳香族化合物単位含有量が0～35質量%、臭素価が0～30 g/100 g、数平均分子量が500～1100の水素添加石油樹脂となる。

すなわち、本発明の水素添加は芳香環をも水添する部分水添もしくは完全水添である。

#### 【0017】

##### （3）ホットメルト接着剤の製造

本発明において得られるホットメルト接着剤は、前記水素添加石油樹脂にベースポリマー、可塑剤等を配合して得られる。

本発明のホットメルト接着剤に使用するベースポリマーとしては、天然ゴム、エチレン-酢酸ビニル共重合体、非晶性ポリアルファオレフィン、スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体（SBS）、スチレン-イソプレネ-スチレンブロック共重合体（SIS）、および、それらのゴム成分を水素添加して得られる、スチレン-エチレン-ブチレン-スチレンゴム（SEBS）、スチレン-エチレン-プロピレン-スチレンゴム（SEPS）等が挙げられる。

#### 【0018】

本発明のホットメルト接着剤に使用する可塑剤としては、例えば、原油を常圧

蒸留することにより得られる重油留分を減圧蒸留し、さらに、水素化改質、脱ロウ処理等で精製することにより得られるパラフィン系プロセルオイル、または、減圧蒸留後、溶剤抽出や水添、白土処理によって得られるナフテン系プロセスオイルが挙げられる。この他にもポリブテンや液状のポリアルファオレフィン等が挙げられる。

#### 【 0 0 1 9 】

ホットメルト接着剤の製造方法としては、特に限定されるものではなく、ロータリー攪拌機、二軸の混練機、ニーダー等を用いて加熱溶融攪拌あるいは混練する方法等を用いることができる。各成分の配合順序は、特に限定されるものではない。また、加熱温度も特に限定されないが、通常、120℃～190℃で行うことができる。前記した三成分の配合量は、要求される物性によって異なるが、水素添加石油樹脂が30～70質量%、ベースポリマー15～40質量%、可塑剤が10～40質量%の範囲である。本発明のホットメルト接着剤には、前記の水素添加石油樹脂、ベースポリマー、可塑剤の他に、その物性を損なわない範囲で、酸化防止剤、ワックス、フィラー類を添加してもよい。

#### 【 0 0 2 0 】

本発明のホットメルト接着剤は、耐熱性に優れ、しかも熱安定性、耐候性に優れ、衛生材料用、包装用、製本用、繊維用、木工用、電気材料用、製缶用、建築用、製袋用、道路用バインダーなど様々な分野で利用できる。

#### 【 0 0 2 1 】

##### 【実施例】

以下、実施例をあげて、本発明をさらに具体的に説明する。

以下において、水素添加石油樹脂の物性およびホットメルト接着剤の性能評価は次のように行った。

##### 1) 配合物軟化点

配合物軟化点 J I S K 2 2 0 7 に準じて測定した。

##### 2) 溶融粘度

溶融粘度は、J I S K 6 8 6 2 に準じ、B型粘度計を用いて測定した。

##### 3) 粘着力

粘着力は J I S Z 0 2 3 7 に準じて測定した。

#### 4) ループタック

ループタックは、F I N A T テスト規格に準じて測定した。

#### 5) 保持力

保持力は、J I S Z 0 2 3 7 に準じて測定した。

【0022】

### 実施例 1

#### (1) 共重合体の製造

窒素で置換した攪拌機付きの 1 L 重合反応器に重合実験反応液から回収したキシレン（低分子量体を 3.5 質量%含有）332 g（原料モノマー 100 質量部に対し、90 質量部）を採取し、260℃まで加熱し、攪拌しながら（ジ）シクロペンタジエン（シクロペンタジエンとジシクロペンタジエンの質量比 20 : 80）184 g とスチレン 184 g との混合物（質量比 50 : 50）を 180 分にわたって添加した。その後、引き続き 130 分間共重合反応を行った。

反応終了後、反応生成液を取り出し、ロータリーエバポレーターを用いて、温度 200℃、圧力 10 mmHg で 2 時間処理し、未反応モノマーとキシレンを除去して 348 g の（ジ）シクロペンタジエンとスチレンとの共重合体を得た。この共重合体の性質を第 1 表に示す。

【0023】

#### (2) 水素添加石油樹脂の製造

窒素で置換した攪拌機付きの 300 ml 水素化反応器にシクロヘキサン（溶媒）70 g、上記（1）で得た共重合体 70 g、ニッケル触媒 1.5 g を採取し、水素圧力 4 Mpa、温度 230℃で 4 時間水素添加反応を行った。

反応終了後、反応生成液を取り出し、酸化防止剤を 4000 ppm 添加した後、ロータリーエバポレーターを用いて、温度 200℃、圧力 15 mmHg で 1 時間処理し、シクロヘキサンを除去して 72 g の（ジ）シクロペンタジエンとスチレンとの共重合体水素添加物を得た。この水素添加石油樹脂の性質を第 1 表に示す。

【0024】

## (3) ホットメルト接着剤の製造及び性能評価

表2に示す配合割合にて、上記(2)で得られた水素添加石油樹脂と、EVA共重合体〔東ソー(株)製、商品名：ウルトラセン720、ウルトラセン722〕とワックス〔(日本精蠟(株)製、商品名：Hi-Mic1080)、(サゾール公社製、商品名：サゾールH1)〕とを、混練機を用いて170℃、60～80分混練して、ホットメルト接着剤を製造し、その物性を評価した。結果を表2に示す。

表3に示す割合にて、上記(2)で得られた水素添加石油樹脂と、SBS共重合体〔シェルジャパン(株)製、商品名：クレイトンD-1102JS(スチレン/ゴム=30/70(質量比))とオイル〔出光興産(株)製、商品名：PS-32〕と酸化防止剤〔日本チバガイギー(株)製、商品名：イルガノックス1010〕とを、混練機ラボプラストミルを用いて140℃、40分混練して、ホットメルト接着剤を製造し、その物性を評価した。結果を表3に示す。

【0025】

比較例1

## (4) 共重合体の製造

窒素で置換した攪拌機付きの1L重合反応器に、重合実験反応液から回収したキシレン(低分子量体を3.6質量%含有)332g(原料モノマー100質量部に対し、90質量部)を仕込み、260℃まで加熱し、攪拌しながら(ジ)シクロペンタジエン(シクロペンタジエンとジシクロペンタジエンの質量比20:80)184gとスチレン184gとの混合物(質量比50:50)を180分にわたって添加した。その後、引き続き110分間共重合反応を行った。反応終了後、反応生成液を取り出し、ロータリーエバポレーターを用いて、温度200℃、圧力10mmHgで2時間処理し、未反応モノマーとキシレンを除去して311gの(ジ)シクロペンタジエンとスチレンとの共重合体を得た。この共重合体の性質を第1表に示す。

【0026】

## (5) 水素添加石油樹脂の製造

窒素で置換した攪拌機付きの300ml水素化反応器にシクロヘキサン(溶媒

70 g、上記(4)で得た共重合体70 g、ニッケル触媒1.5 gを採取し、水素圧力4 MPa、温度230℃で4時間水素添加反応を行った。

反応終了後、反応生成液を取り出し、酸化防止剤を4000 ppm添加した後、ロータリーエバポレーターを用いて、温度200℃、圧力10 mmHgで2時間処理し、シクロヘキサンを除去して71 gの(ジ)シクロペンタジエンとスチレンとの共重合体水素添加物を得た。この水素添加石油樹脂の性質を表1に示す。

#### 【0027】

##### (6) ホットメルト接着剤の製造及び性能評価

実施例1(2)で得られた水素添加石油樹脂の代わりに、上記(5)で得られた水素添加石油樹脂を用いたこと以外は、実施例1(3)と同様の操作を行い、ホットメルト接着剤を製造し、その物性を評価した。結果を表2、表3に示す。

#### 【0028】

#### 比較例2

##### (7) 共重合体の製造

窒素で置換した攪拌機付きの1 L重合反応器に重合実験反応液から回収したキシレン(低分子量体を4.5質量%含有)332 g(原料モノマー100質量部に対し、90質量部)を採取し、260℃まで加熱し、攪拌しながら(ジ)シクロペンタジエン(シクロペンタジエンとジシクロペンタジエンの質量比20:80)184 gとスチレン184 gとの混合物(質量比50:50)を180分にながら添加した。その後、引き続き130分間共重合反応を行った。

反応終了後、反応生成液を取り出し、ロータリーエバポレーターを用いて、温度200℃、圧力15 mmHgで1時間処理し、未反応モノマーとキシレンを除去して352 gの(ジ)シクロペンタジエンとスチレンとの共重合体を得た。この共重合体の性質を表1に示す。

#### 【0029】

##### (8) 水素添加石油樹脂の製造

上記(7)で得た共重合体を使用して、実施例1(2)と同様に水素化を実施した。70 gの(ジ)シクロペンタジエンとスチレンの共重合体水素添加物を得

た。この水素添加石油樹脂の性質を表1に示す。

【0030】

(9) ホットメルト接着剤の製造及び性能評価

実施例1(2)で得られた水素添加石油樹脂の代わりに、上記(8)で得られた水素添加石油樹脂を用いたこと以外は、実施例1(3)と同様の操作を行い、ホットメルト接着剤を製造し、その物性を評価した。結果を表2、表3に示す。

【0031】

【表1】

	実施例1		比較例1		比較例2	
	共重合体	水添物	共重合体	水添物	共重合体	水添物
ステレン単位含量 <sup>1)</sup> (質量%)	47	18	48	18	47	19
臭素価 <sup>2)</sup> (g/100g)	66	5	65	4	65	5
低分子量体含量 (質量%)		7.1		5.6		7.3
軟化点 (°C)	74	100	64	100	73	100

1) 赤外分光光度計(吸光度 700cm<sup>-1</sup>)による定量

2) JIS K2605を準用

【0032】

【表2】

		実施例1	比較例1	比較例2
配 合	EVA(ウルラセン 720) (質量部)	15	15	15
	EVA(ウルラセン 722) (質量部)	20	20	20
	実施例1水添石油樹脂(質量部)	50		
	比較例1水添石油樹脂(質量部)		50	
	比較例2水添石油樹脂(質量部)			50
	WAX(Hi-Mic3080) (質量部)	10	10	10
	WAX(ザゾール H1) (質量部)	5	5	5
性 能	曇り点 (°C)	92	93	94
	恒温クリープ・50°C (時:分)	11:21	6:04	7:12
	熔融温度・180°C (MPa・s)	1580	1450	1550

【0033】

【表 3】

		実施例1	比較例1	比較例2
配 合	SBS (質量部)	25	25	25
	実施例1水添石油樹脂(質量部)	60		
	比較例1水添石油樹脂(質量部)		60	
	比較例2水添石油樹脂(質量部)			60
	オイル(PS-32) (質量部)	15	15	15
	酸化防止剤(イルカ・ノックス 1010) (質量部)	1	1	1
性 能	軟化点 (°C)	81	80	83
	熔融温度・180°C (MPa・s)	4880	4520	4920
	粘着力・23°C (N/cm)	11.3	10.7	10.1
	ループタック・23°C (N/cm)	11.0	12.3	9.3
	保持力・40°C (mm&分) <sup>3)</sup>	0.1&60	0.1&60	0.2&60

3) 一定時間内のずれ幅による定量

## 【0034】

表2、表3によれば、実施例1(3)で得られたホットメルト接着剤は、比較例1(6)で得られたホットメルト接着剤と比べ、粘着力、ループタック、保持力等の性能が維持されたまま、耐熱性の指標である恒温クリープが改善されている。

表2、表3によれば、実施例1(3)で得られたホットメルト接着剤は、比較例2(9)で得られたものと比べ、粘着力、ループタック、恒温クリープが改善されている。

## 【0035】

## 【発明の効果】

本発明によれば、重合工程でリサイクルさせる重合溶媒中の低分子量体量を制御し、かつ、水素化共重合物中の低分子量体量を制御する製造方法を採用することによって、優れた性能のホットメルト接着剤用の粘着付与樹脂およびホットメルト接着剤を得ることができる。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 粘着付与樹脂に用いるシクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とからなる水添石油樹脂の製造方法において、粘着付与樹脂の粘着性能を向上させつつ、生産性の向上をも両立させる製造方法を提供すること。

【解決手段】 シクロペンタジエン系化合物とビニル芳香族化合物とを、溶媒として、重合時に副生する低分子量体を4質量%以下含有する回収溶媒を使用して、溶液共重合を行う重合工程、および該共重合体を分離するための脱溶媒工程、次いで、分離した該共重合体を溶媒に溶かして水素添加反応を行う水素化工程、ならびに、水素化工程反応混合物から、水素添加石油樹脂中に6～10質量%の水素添加低分子量体が残存するように水素添加石油樹脂を分離するための脱溶媒工程、からなる水素添加石油樹脂の製造方法。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000183657]

1. 変更年月日	2000年 6月30日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都墨田区横綱一丁目6番1号
氏 名	出光石油化学株式会社